

*Récents Progrès en Génie des Procédés, Numéro 92 - 2005
ISBN 2-910239-66-7, Ed. Lavoisier, Paris, France*

10^{ème} Congrès de la Société Française de Génie des Procédés, Toulouse, 21/25.09.05

Agrégation de dispersions concentrées de silice colloïdale sous écoulement

TOURBIN Mallorie^a, SCHETRITTE Sylvie^a, FRANCES Christine^a, BISCANS Béatrice^a

^a Laboratoire de Génie Chimique CNRS UMR 5503, 5 rue Paulin Talabot, BP 1301
31106 Toulouse Cedex 01, France

Résumé

L'objectif de cette étude est d'analyser le comportement de suspensions denses de nanoparticules soumises à des forces hydrodynamiques lors de procédés d'agrégation. Le phénomène d'agrégation des particules, obtenu par déstabilisation de dispersions stables de silice colloïdale a été observé ici en l'absence de tout autre phénomène d'apparition ou de croissance des particules. La déstabilisation des suspensions colloïdales, mise en œuvre dans une cuve agitée discontinue, est provoquée par ajout de sel, modifiant ainsi la force ionique du système. L'utilisation de différentes techniques de caractérisation de la granulométrie des particules (spectroscopie acoustique, spectroscopie par corrélation de photons) et de leurs propriétés physico-chimiques (stabilité, pH, potentiel zêta) a permis d'appréhender les propriétés des suspensions initiales. La technique de spectroscopie acoustique a ensuite été utilisée lors d'expériences d'agrégation réalisées sous différentes conditions de concentration en solide pour analyser l'évolution au cours du temps de la distribution de taille des agrégats en milieu concentré et définir les mécanismes d'agrégation de la silice colloïdale sous agitation.

Mots-clés : nanoparticules, suspensions concentrées, stabilité, agrégation, spectroscopie par corrélation de photons, spectroscopie acoustique.

1. Introduction

Un engouement très fort est apparu récemment autour des nanopoudres en raison de l'intérêt potentiel qu'elles présentent dans de nombreux secteurs industriels. Or les propriétés usuelles des nanoparticules, élaborées sous forme de poudres ou en suspension (propriétés optiques, texturales, rhéologiques, biodisponibilité, ...) sont étroitement associées à la granulométrie des particules et à leur état de dispersion. Un problème inhérent aux différentes méthodes de génération de nanoparticules en voie liquide est la difficulté à maîtriser le processus d'agrégation et donc à conserver la qualité et la stabilité de ces produits.

Les propriétés physico-chimiques du milieu et les conditions hydrodynamiques auxquelles l'écoulement est soumis jouent un rôle déterminant sur le phénomène d'agrégation. L'objectif de cette étude est de suivre le processus d'agrégation de suspensions concentrées de nanoparticules placées dans des conditions d'écoulement (cisaillement, transport) identiques à celles rencontrées dans des procédés réels en utilisant des méthodes de caractérisation appropriées permettant une analyse fiable de la distribution de taille des particules en milieu dense. En effet, les méthodes granulométriques classiques nécessitent souvent de faire les mesures en milieu dilué et sont donc peu adaptées à la caractérisation de suspensions agrégées denses en écoulement car l'étape de dilution peut entraîner un changement de l'état de dispersion du système.

2. Matériau et méthodes de caractérisation

2.1. Produits

Le produit utilisé est une suspension de silice colloïdale, le Klebosol 30R50 (Clariant, France) à une concentration massique initiale de 30%. C'est une suspension basique de pH 8-9 stabilisée par des ions Na^+ , de densité moyenne 1,9 g/ml (densité de la silice 2,2g/ml) et de surface spécifique 50m²/g.

La Figure 1 présente un cliché de poudre obtenue après séchage d'un petit volume de suspension et qui a été analysée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (LEO 435VP). On observe que les particules de silice sont totalement sphériques, monodisperses et de diamètre environ 80 nm. Lors du séchage réalisé à l'aide d'une balance de dessiccation, les particules se sont organisées en agglomérats de type « grappe ».

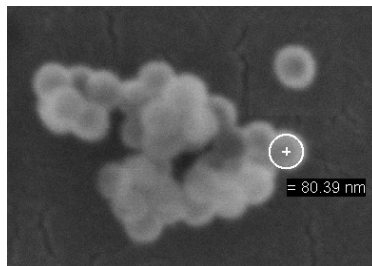


Figure 1 : Photographie MEB du Klebosol 30R50 (grossissement x 50000)

De l'eau ultra-pure (pH~6 et $\Lambda \sim 5-7 \mu\text{S}$) est utilisée pour préparer les suspensions diluées de silice colloïdale à différentes concentrations. Les concentrations massiques des suspensions ainsi diluées sont déterminées, avec une précision de 10⁻² %, par mesure du taux d'humidité par thermogravimétrie avec une balance dessiccatrice Halogen Moisture Analyser HB43 (Mettler Toledo). La mesure se fait par chauffage de quelques grammes d'échantillon par rayonnement infrarouge d'une source halogène et par détermination continue de la masse au cours du séchage.

2.2. Techniques de caractérisation

La stabilité des suspensions de silice à différentes concentrations a été analysée à l'aide d'un Turbiscan MA 2000 (Formulaction). La dispersion à analyser est placée dans un tube de section circulaire. Une LED émettant dans le proche infrarouge ($\lambda=850\text{nm}$) éclaire le tube et deux photo-détecteurs captent les flux transmis et rétrodiffusé par la dispersion. La tête de lecture mobile comportant l'émetteur et les deux capteurs réalise un balayage vertical de la cellule de mesure. Ce dispositif permet ainsi de détecter les phénomènes de migration des particules dans le milieu (crémage, sédimentation, ...) (Mengual *et al.*, 1999).

La granulométrie des particules en suspension a été mesurée à l'aide de deux techniques différentes : la spectroscopie par corrélation de photons et la spectroscopie acoustique.

La granulométrie par spectroscopie de corrélation de photons permet de descendre en dessous de la limite basse de la granulométrie par diffusion et diffraction statique de la lumière (soit environ 50 nm). Pour cette étude, nous avons utilisé le Zétasizer Nano S (Malvern Instruments) qui fonctionne par corrélation de photons en diffusion simple de la lumière. Le principe de cet appareil repose sur la loi de Stokes-Einstein qui exprime le coefficient de diffusion brownienne des particules en fonction de leur taille et des propriétés physiques du milieu. Ainsi, le traitement du signal lumineux récupéré en rétrodiffusion (angle de 173°) par le détecteur du Zétasizer NanoS permet la détermination de la distribution de taille des particules.

La spectroscopie acoustique est une technique particulièrement adaptée à l'étude des dispersions concentrées. A la différence des techniques traditionnelles utilisant des rayonnements lumineux, les ultrasons se propagent bien dans les milieux opaques ou visqueux, ce qui évite de diluer et donc de modifier l'état de dispersion des particules en suspension pouvant provoquer des processus d'agrégation ou de desagglomération de la phase dispersée. La spectroscopie par atténuation ultrasonore appliquée à la mesure de taille des particules consiste à envoyer des ondes ultrasonores de différentes fréquences (entre 1 MHz à 160 MHz) à travers un échantillon et à mesurer leur atténuation. L'atténuation de l'onde mesurée

est caractéristique d'une suspension car il existe une relation entre la taille des particules en suspension, la concentration de l'échantillon et le spectre d'atténuation acoustique mesuré. Dans cette étude, les analyses ont été effectuées avec un appareil Ultrasizer (Malvern Instruments). Le principe de mesure de cet appareil est basé sur le modèle d'Allegra et Hawley (1972) considérant une onde longitudinale incidente sur une particule sphérique qui génère des ondes réfléchies de compression, thermique et de cisaillement dans la phase continue et les ondes transmises correspondantes dans la phase dispersée.

Trois phénomènes différents régissent les interactions entre l'onde incidente et la particule : la diffraction, l'effet visco-inertiel et l'effet thermo-élastique. La diffraction est une déviation de l'onde incidente qui a lieu plus particulièrement lorsque la particule possède une taille plus grande que la longueur d'onde de l'ultrason incident. L'effet visco-inertiel est la conséquence du passage de la compression locale due à la propagation de l'onde ultrasonore et qui provoque un déplacement de la particule dans le milieu. Ce mouvement périodique lié à la fréquence de l'onde acoustique va permettre à la particule de dissiper de l'énergie en chaleur par le biais de frottements. L'effet thermo-élastique intervient également car une onde de température se propage en phase avec l'onde de pression créée par les ultrasons. Un échange de chaleur va donc se produire entre la particule et un faible volume environnant et être associé à un phénomène de compression/dilatation de la particule elle-même.

3. Caractérisation des propriétés des suspensions initiales

3.1 Stabilité physico-chimique

La stabilité des suspensions de silice colloïdale est fortement influencée par le pH de la solution. En effet, le taux de gélation est très important pour des pH de 4-5. Par contre, en dessous de cette zone critique de pH, aux alentours du point de charge nulle (pH \sim 2), la suspension est stable grâce aux liaisons hydrogène que les particules de silice forment avec le dispersant. De même, au-dessus de cette zone de pH, et en particulier pour des pH $>$ 8, la suspension est stabilisée par répulsions électrostatiques. Initialement, la suspension de silice à 30 % w/w a un pH de 8,97. La stabilité de cette suspension est en plus renforcée par la présence d'ions Na^+ qui s'adsorbent sur les groupements silanols (Si-OH), augmentant ainsi la charge de surface des particules et augmentant de fait la portée des forces de répulsion électrostatiques. Pour une gamme de dilution de $1\% < \text{w/w} < 30\%$, des mesures du pH de la suspension montrent qu'il varie peu et reste compris entre 7,73 et 9,25. Le potentiel zêta de la suspension, mesuré en milieu très dilué, est $\xi = -56,1$ mV, ce qui laisse supposer là encore une stabilisation de la suspension de silice par répulsions électrostatiques.

Des mesures de stabilité par analyse des flux transmis et rétrodiffusé par la dispersion ont été menées sur deux suspensions de Klebosol 30R50 de concentrations très différentes pour déterminer si la dilution avait un effet sur la stabilité physico-chimique de la suspension ou sur la migration des particules. Les Figures 2 et 3 représentent les profils des flux transmis par les deux suspensions en fonction de la hauteur de la cuve de mesure. Ces profils sont établis toutes les 40 min pendant à peu près 5 jours et demi. Ils montrent des niveaux de transmission uniformes et invariants dans le temps sur l'ensemble de la longueur de l'échantillon et pour toute la durée de mesure. Ainsi, quelle que soit la dilution, sur la gamme considérée, la dispersion de silice reste stable et homogène, elle ne présente aucune instabilité physico-chimique (floculation, coalescence,...) ni aucune migration des particules (sédimentation, crémage,...).

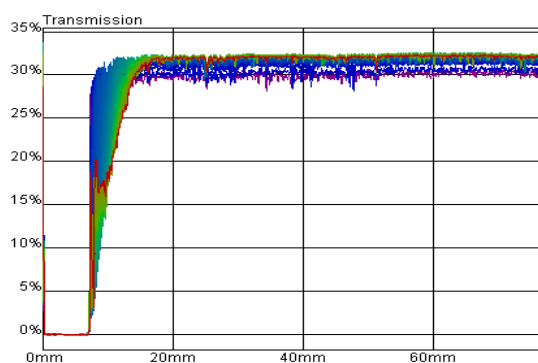


Figure 2 : Profil de transmittance diffuse pour la suspension de Klebosol 30R50 initiale (w/w = 30 %)

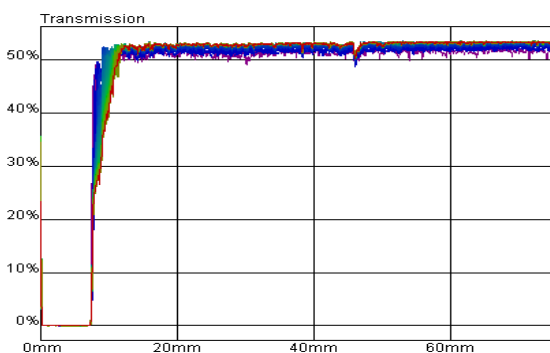


Figure 3 : Profil de transmittance diffuse pour la même suspension de silice colloïdale diluée 10 fois (w/w = 3 %)

3.2 Distribution de taille des particules en suspension

3.2 Distribution de taille des particules en suspension

3.2.1 Spectroscopie de corrélation de photons

Pour des dilutions importantes ($w/w < 1\%$), la taille moyenne mesurée par spectroscopie de corrélation de photons avec le Zêtasizer NanoS est constante quelle que soit la dilution et obtenue de manière reproductible à 1% près. Elle est environ $d = 85,3$ nm (Figure 4), en accord avec les mesures effectuées par microscopie électronique à balayage. On observe une diminution quasi linéaire de la valeur mesurée de la taille moyenne lorsque la concentration est supérieure à 1% massique. Pour des concentrations trop élevées, on peut donc supposer que les conditions d'utilisation de cet appareil ne sont pas optimales, rendant la réponse erronée.

La Figure 5 représente les distributions de taille des particules mesurées pour des concentrations inférieures à 1% massique. Ce sont les distributions de taille calculées par le logiciel par la méthode des moindres carrés à partir des spectres et des propriétés physiques du matériau et du fluide porteur.

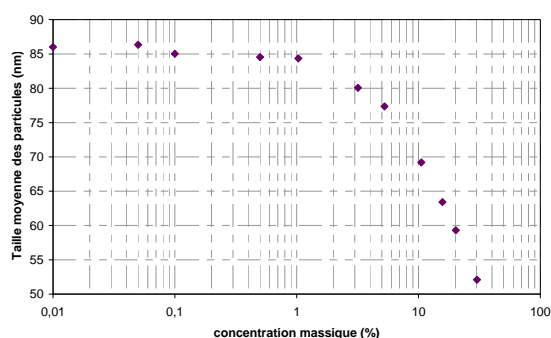


Figure 4 : Diamètre moyen des particules en suspension dans le Klebosol 30R50 en fonction de la dilution

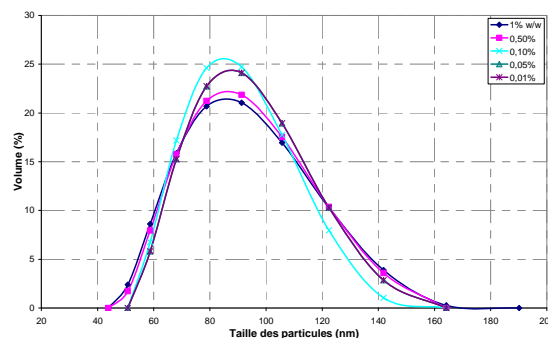


Figure 5 : Distribution de la taille moyenne calculée par le Zêtasizer NanoS d'une suspension de Klebosol 30R50 à 0,5%w/w

3.2.2 Spectroscopie acoustique

Les données fournies par le spectromètre acoustique (Ultrasizer, Malvern Instruments) sont relatives au spectre d'atténuation des ondes ultrasonores à travers le milieu pour différentes fréquences. Toutefois, nous nous intéresserons plutôt à l'excès d'atténuation qui n'est dû qu'à la présence des particules de silice dans le milieu et non pas à la contribution de l'atténuation intrinsèque provenant de chaque phase.

La Figure 6 montre que les spectres d'excès d'atténuation obtenus pour les différentes dilutions du Klebosol 30R50 sont tous parallèles (les spectres sont obtenus de manière reproductibles à 1,5% près). L'allure des courbes obtenues est caractéristique du comportement visco-inertiel de la suspension.

Théoriquement, l'atténuation est proportionnelle à la concentration en particules dans la suspension et de plus, lorsque l'effet visco-inertiel est prépondérant, l'atténuation est aussi proportionnelle à la fréquence d'émission de l'onde. Aussi, en normalisant les spectres d'excès d'atténuation par la fréquence et la concentration, on devrait obtenir des courbes superposées. Or les spectres normalisés de la Figure 7 ne sont pas confondus (l'écart entre les deux courbes les plus éloignées allant de 3 à 20 %). L'allure des spectres met en évidence la présence du phénomène de diffusion multiple des ondes acoustiques au sein de la suspension qui modifie la réponse du système à l'onde ultrasonore incidente. La diffusion multiple est d'autant plus importante que la concentration est élevée, c'est pourquoi les spectres à forte concentration sont quasiment plats et linéaires, alors que pour des dilutions plus importantes, les spectres sont plus incurvés, en accord avec les modèles théoriques de l'atténuation acoustique.

Pour tenir compte de la diffusion multiple de l'onde acoustique au sein de la suspension, un facteur de correction a été déterminé de telle sorte que les différents spectres soient effectivement superposés. Les données brutes modifiées grâce à ce facteur sont alors réimportées dans le logiciel de traitement des données pour permettre la détermination des distributions de taille correspondant à chaque spectre corrigé. Sur la Figure 8, on peut voir que les distributions obtenues sont quasiment identiques et en parfait accord avec les résultats obtenus en microscopie et par spectroscopie de corrélation de photons.

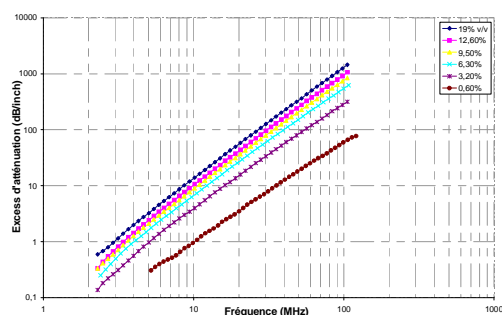


Figure 6: Spectres d'excès d'atténuation du Klebosol 30R50 en fonction de la fréquence pour différentes concentrations

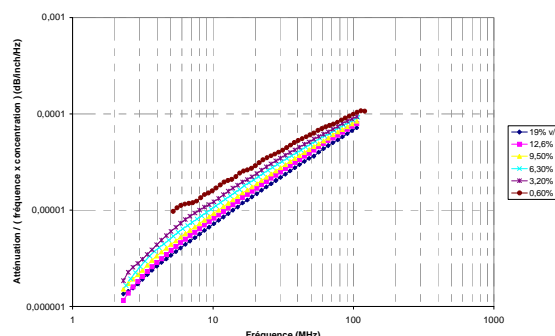


Figure 7: Spectres d'excès d'atténuation normalisés par la fréquence et la concentration pour différentes concentrations de Klebosol 30R50

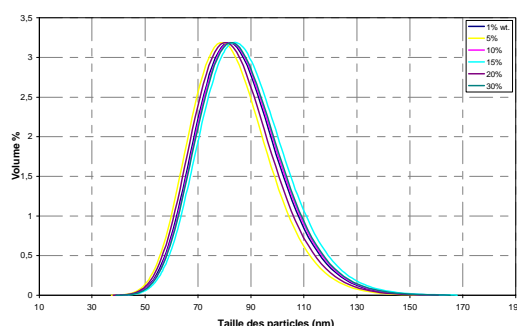


Figure 8: Distributions de taille des particules dans des suspensions de Klebosol 30R50 à différentes concentrations mesurées avec l'Ultrazizer

4. Expériences d'agrégation – Résultats et discussion

4.1 Mode opératoire et conditions expérimentales

Les expériences d'agrégation des suspensions de silice ont été menées dans la cellule de mesure de l'Ultrazizer. La cuve a une géométrie particulière comme le montre le schéma de la Figure 9. C'est une cuve agitée d'une capacité de 470 mL. Elle comporte également une double enveloppe reliée à un bain thermostaté. L'agitateur à trois pales est placé au fond de la cuve. La vitesse d'agitation est fixée à 600 tr/min.

Pour chaque expérience, on verse dans la cuve le volume préalablement déterminé (Table 1) de solution aqueuse de chlorure de sodium à une concentration de 0,8 M, et on démarre l'agitation. Ensuite, lorsque la température désirée est atteinte (25°C), un certain volume de suspension de Klebosol 30R50, est ajouté instantanément pour obtenir la concentration en solide désirée (Table 1).

Le spectre d'atténuation de l'onde acoustique en fonction de la fréquence dans la suspension est mesuré toutes les 30 minutes pendant 8 heures afin de suivre le comportement de la suspension au cours de la déstabilisation.

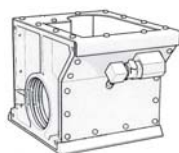


Figure 9: Cellule discontinuée de l'Ultrazizer

N° expérience	Concentration massique de silice (%)	Volume de NaCl à 0,8M (mL)	Volume de silice (mL)
1	3	439	11
2	10	412	38
3	20	374	76

Table 1 : Conditions opératoires des différentes expériences d'agrégation

Une mesure de l'atténuation du milieu (solution aqueuse de NaCl à 0,8 M) est initialement faite pour déterminer l'équation de l'atténuation des ultrasons dans la phase fluide en fonction de la fréquence.

4.2 Résultats expérimentaux et discussion

Le processus d'agrégation de la silice a été analysé pour différentes concentrations en solide en fixant les autres paramètres opératoires (la concentration en électrolyte, la température et la vitesse d'agitation) comme indiqué précédemment.

L'Ultrasizer a été utilisé pour suivre l'évolution de la taille des particules en suspension en fonction du temps. La Figure 10 représente l'évolution des spectres d'atténuation au sein de la suspension de silice enregistrés toutes les 30 min pendant 8 heures au cours de l'agrégation du Klebosol 30R50 à une concentration massique en silice de 3% (Expérience 1).

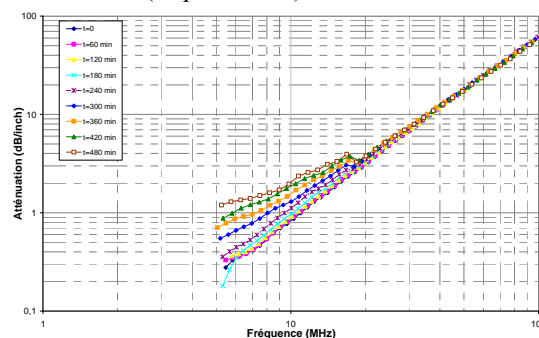


Figure 10: Spectres d'atténuation en fonction de la fréquence pendant l'agrégation du Klebosol 30R50 à 3% w/w par NaCl à 0,8 M (Expérience 1)

Pour les temps compris entre 0 et 150 min, les spectres sont quasi identiques, indiquant que les particules dispersées ne subissent pas, pendant ce temps, un processus de déstabilisation par agrégation trop important. Ensuite, on observe des changements plus conséquents sur les spectres: il y a une augmentation de l'atténuation à basses fréquences et une diminution à hautes fréquences (la pente des courbes diminue).

Les Figures 11 et 12 représentent les spectres d'atténuation des ultrasons obtenus lors de la déstabilisation d'une suspension de Klebosol 30R50 respectivement à 10% massique (Expérience 2) et à 20% massique (Expérience 3).

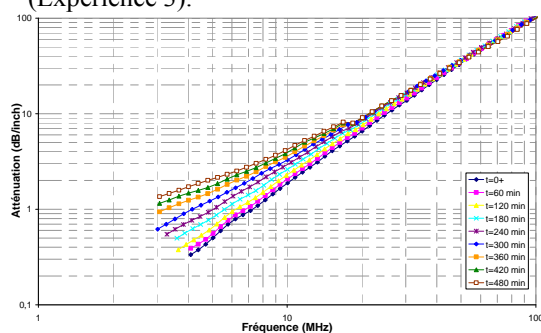


Figure 11: Spectres d'atténuation en fonction de la fréquence pendant l'agrégation du Klebosol 30R50 à 10% w/w par NaCl à 0,8 M (Expérience 2)

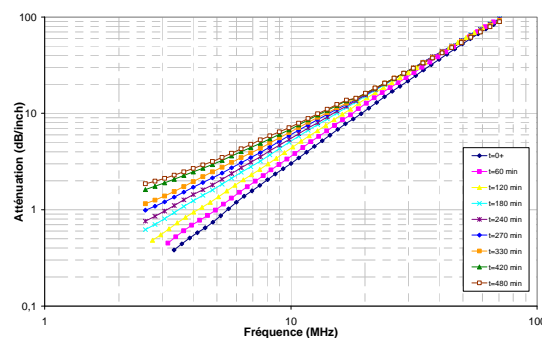


Figure 12: Spectres d'atténuation en fonction de la fréquence pendant l'agrégation du Klebosol 30R50 à 20% w/w par NaCl à 0,8 M (Expérience 3)

En prenant en compte la diffusion multiple de l'onde ultrasonore au sein de la suspension, les distributions de taille des particules en suspension au cours de la déstabilisation ont pu être déterminées et sont représentées sur les Figures 13, 14 et 15. L'agrégation des particules est illustrée par le glissement de la distribution vers les plus grandes tailles. Au début de chaque expérience ($t = 0^+$), très peu de temps après l'addition de la suspension de silice dans la solution de chlorure de sodium, la courbe monomodale (en mode log-normal) de la distribution de taille des particules présente une taille moyenne à 80 nm. Cette valeur correspond aux résultats obtenus lors de la caractérisation des suspensions initiales.

En prenant l'exemple de l'Expérience 1, on voit que jusqu'à $t = 240$ min, la taille moyenne des particules ne varie pas énormément (elle augmente de 80 nm à 100 nm) mais la déviation géométrique du pic augmente, comme le montre la Figure 13a. Un changement important de la taille a lieu au cours de l'agrégation après un temps de 270 min et on observe que la distribution devient bimodale. On observe

une première population aux alentours de 90 nm (particules primaires) qui devient de plus en plus étroite (en proportion, les particules de cette taille sont de moins en moins nombreuses) et une autre population aux alentours de 500-700 nm qui s'élargit en même temps (les agrégats de cette taille sont de plus en plus nombreux). Pour des temps $t > 360$ min, les populations de particules semblent présenter trois modes: les deux présentées précédemment ainsi qu'un autre aux alentours de la dizaine de microns mais le logiciel de l'Ultrazizer ne permet pas de modéliser ce type de distribution.

En comparant les spectres des Expériences 1 et 2, on remarque que l'on obtient plus rapidement une population bimodale lorsque la concentration en silice est supérieure. Par contre, les tailles des agrégats obtenus sont du même ordre de grandeur : premier mode à 80-100 nm puis se stabilisant vers 130 nm ; deuxième mode entre 700 et 800 nm et les gros agrégats semblent être aux alentours de 4 μm . Pour l'Expérience 3, le comportement de la suspension est très similaire à celui de l'Expérience 2.

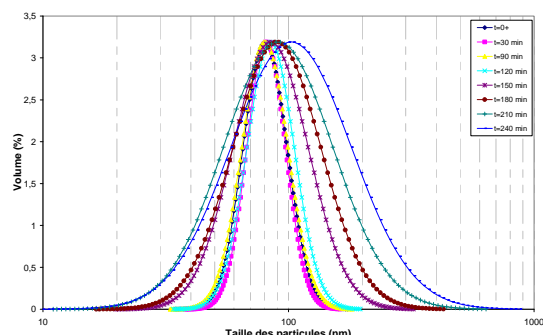


Figure 13a: Distribution de taille de particules en suspension pendant l'agrégation de Klebosol 30R50 à 3% massique par une solution de NaCl (0,8M) dans l'intervalle de temps $0^+ < t < 240$ min (Expérience 1).

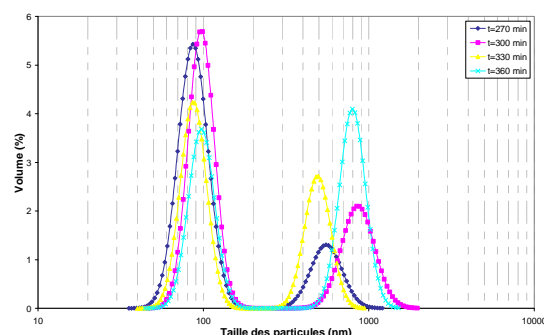


Figure 13b: Distribution de taille de particules en suspension pendant l'agrégation de Klebosol 30R50 à 3% massique par une solution de NaCl (0,8M) dans l'intervalle de temps $270 \text{ min} < t < 360$ min (Expérience 1).

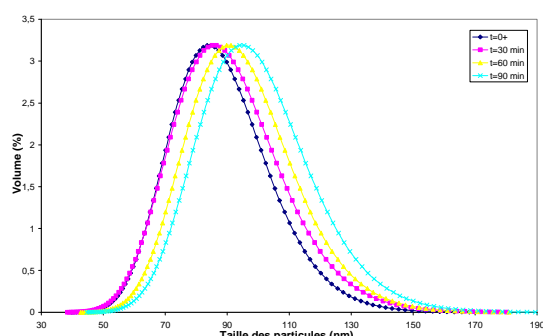


Figure 14a: Distribution de taille de particules en suspension pendant l'agrégation de Klebosol 30R50 à 10% massique par une solution de NaCl (0,8M) dans l'intervalle de temps $0^+ < t < 120$ min (Expérience 2).

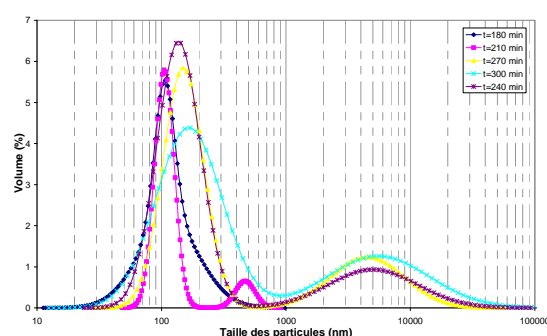


Figure 14b: Distribution de taille de particules en suspension pendant l'agrégation de Klebosol 30R50 à 10% massique par une solution de NaCl (0,8M) dans l'intervalle de temps $180 \text{ min} < t < 300$ min (Expérience 2).

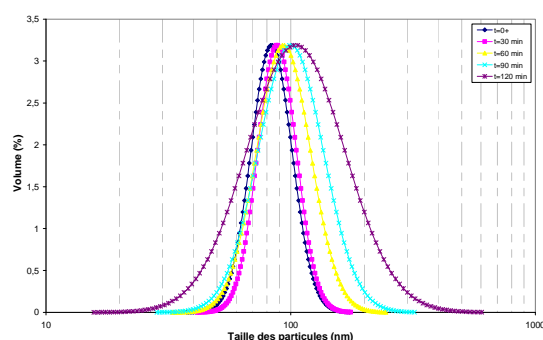


Figure 15a: Distribution de taille de particules en suspension pendant l'agrégation de Klebosol 30R50 à 20% massique par une solution de NaCl (0,8M) dans l'intervalle de temps $0^+ < t < 120$ min (Expérience 3).

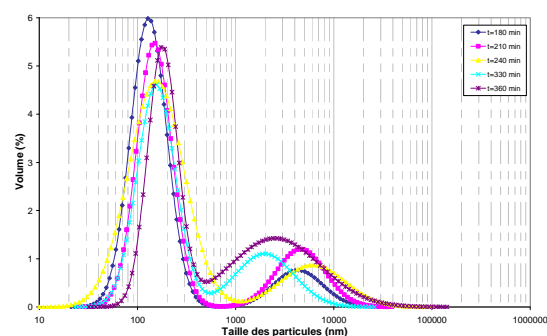


Figure 15b: Distribution de taille de particules en suspension pendant l'agrégation de Klebosol 30R50 à 20% massique par une solution de NaCl (0,8M) dans l'intervalle de temps $180 \text{ min} < t < 360$ min (Expérience 3).

A partir des résultats de ces expériences, on peut conclure que le processus d'agrégation de la silice résulte de la succession de deux étapes d'agrégation correspondant respectivement à deux mécanismes distincts. Les collisions entre les particules primaires de 80 nm ont d'abord lieu grâce à un mécanisme d'agrégation péricinétique lent des particules de taille inférieure à 100 nm menant à un élargissement du pic de la distribution de taille des particules primaires vers les plus larges tailles. Cette étape est suivie par un mécanisme d'agrégation orthocinétique rapide pour les plus grosses particules dont le résultat est l'apparition de plus gros agrégats qui forment une seconde et même probablement une troisième population ayant une taille allant jusqu'à environ 10 μm .

L'agrégation péricinétique est relativement lente (de 2 à 4 heures dans les conditions des expériences décrites) parce que les mouvements des petites particules sont dus à la diffusion et que les interactions colloïdales répulsives augmentent la stabilité de la suspension, ce qui réduit la fréquence des collisions. Tandis que pendant l'étape d'agrégation orthocinétique, les collisions entre les agrégats résultent des mouvements d'ensemble du fluide ; la fréquence de collision est donc supérieure du fait que les particules dépassent facilement la barrière de potentiel grâce à ce mouvement relatif (*Schaer et al., 2001*).

En ce qui concerne l'influence de la concentration en silice, les Expériences 1 et 2 mettent en évidence que lorsque l'on augmente celle-ci, l'agrégation péricinétique est plus rapide (2h à 10% massique au lieu de 4h à 3% massique), la population de particules présentant plus rapidement un deuxième mode. Par contre, les Expériences 2 et 3 donnent des résultats comparables. Il existe probablement une concentration comprise entre (10% < wt. < 20%) à partir de laquelle la phase d'agrégation péricinétique atteint un plateau de vitesse.

5. Conclusions

Dans cette étude, le phénomène d'agrégation d'une suspension de silice colloïdale est observé en l'absence de tout autre phénomène d'apparition ou de croissance des particules. Différentes techniques (spectroscopie par corrélation de photons, spectroscopie acoustique) ont été utilisées pour caractériser les propriétés des suspensions concentrées de nanoparticules stables ou agrégées.

En se basant sur les mesures de spectroscopie acoustique, l'évolution des spectres d'atténuation et des distributions de taille calculées pendant le procédé de déstabilisation met en évidence l'existence de deux étapes d'agrégation ayant des cinétiques différentes : une phase lente d'agrégation péricinétique des petites particules (jusqu'à 100 nm environ) et une phase rapide d'agrégation orthocinétique des plus larges agrégats (jusqu'à 10 μm environ). L'influence de la concentration en silice est aussi mise en évidence par les différentes expériences : ce paramètre physico-chimique a une influence sur la cinétique de la phase d'agrégation péricinétique. Plus la concentration en silice est importante, plus l'agrégation péricinétique est rapide, jusqu'à atteindre un plateau.

Références

- Allegra JR, Hawley SA, Attenuation of Sound in Suspensions and Emulsions: Theory and Experiments, Journal of Acoustic Society of America, 51 (5 part 2) (1972), 1545 – 1564.
- Mengual O., Meunier G., Cayré I., Puech K., Snabre P., TURBISCAN MA 2000: multiple light scattering measurement for concentrated emulsion and suspension instability analysis, Talanta, (1999), 445-456.
- Schaer E., Ravetti R., Plasari E., Study of silica particle aggregation in a batch agitated vessel, Chemical Engineering and Processing, 40 (2001), 277-293.

Remerciements

Les auteurs remercient R. Tweedie et M. Terray de la société Malvern Instruments pour leurs conseils et appui scientifique dans l'analyse des données relatives à la spectroscopie acoustique.

Les auteurs remercient également la structure fédérative FERMaT pour la mise à disposition des outils de caractérisation de la granulométrie utilisés dans cette étude.